NORME INTERNATIONALE

ISO 16265

Première édition
2009-03-01

Qualité de l'eau — Mesurage de l'indice des substances actives au bleu de méthylène (SABM) — Méthode par analyse en flux continu (CFA)

Water quality — Determination of the methylene blue active substances (MBAS) index — Method using continuous flow analysis (CFA)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 16265:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d5dfcaaf-a6b9-421f-8373-75b90373a534/iso-16265-2009

Numéro de référence
ISO 16265:2009(F)

© ISO 2009

PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16265:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d5dfcaaf-a6b9-421f-8373-75b90373a534/iso-16265-2009

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2009

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos iv
Introduction v
1 Domaine d'application 1
2 Références normatives 1
3 Interférences 1
4 Principe 2
5 Réactifs 2
6 Appareillage 5
7 Échantillonnage et prétraitement de l'échantillon 5
8 Mode opératoire 6
9 Calcul des résultats 8
10 Expression des résultats 8
11 Fidélité 8
12 Rapport d'essai 8
Annexe A (informative) **Exemple de schéma de procédé pour le mesurage de l'indice SABM par analyse en flux continu (CFA)** 10
Annexe B (informative) **Données relatives à la fidélité** 11
Bibliographie 12

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 16265:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d5dfcaaf-a6b9-421f-8373-75b90373a534/iso-16265-2009

© ISO 2009 – Tous droits réservés

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

iTeh STANDARD PREVIEW

L'ISO 16265 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

(standards.iteh.ai)

ISO 16265:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d5dfcaaf-a6b9-421f-8373-75b90373a534/iso-16265-2009

© ISO 2009 – Tous droits réservés

Introduction

Les méthodes d'analyse en flux automatisent les modes opératoires chimiques par voie humide et sont particulièrement appropriées pour le traitement de nombreuses substances à analyser dans l'eau dans de grandes séries d'échantillons à une fréquence d'analyse élevée (jusqu'à 100 échantillons par heure).

On distingue l'analyse avec injection de flux (FIA) [1], [2], et l'analyse en flux continu (CFA) [3]. Les deux méthodes ont en commun le dosage automatique de l'échantillon dans un dispositif en flux (manifold) dans lequel les substances à analyser dans l'échantillon réagissent avec les solutions de réactifs pendant l'écoulement. La préparation de l'échantillon peut être intégrée dans le manifold. Le produit de réaction est analysé dans un détecteur à flux (par exemple, un spectromètre). Le détecteur génère un signal à partir duquel est calculée la concentration du paramètre.

L'indice SABM (substances actives au bleu de méthylène) est une convention d'analyse, un paramètre défini par la méthode, utilisé à des fins de contrôle de la qualité de l'eau. Il mesure les agents de surface et d'autres substances qui réagissent avec le bleu de méthylène dans des conditions spécifiées.

Il convient que l'utilisateur soit informé que des problèmes particuliers sont susceptibles de nécessiter la spécification de conditions supplémentaires.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 16265:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d5dfcaaf-a6b9-421f-8373-75b90373a534/iso-16265-2009

© ISO 2009 – Tous droits réservés

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16265:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d5dfcaaf-a6b9-421f-8373-75b90373a534/iso-16265-2009

Qualité de l'eau — Mesurage de l'indice des substances actives au bleu de méthylène (SABM) — Méthode par analyse en flux continu (CFA)

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale soit familiarisé avec les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas pour objet de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

IMPORTANT — Il est indispensable que les essais menés conformément à la présente Norme internationale le soient par du personnel qualifié.

Il convient d'éliminer de manière appropriée les solutions usées de trichlorométhane et de méthanol.

1 Domaine d'application

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La présente Norme internationale spécifie un mode opératoire pour le mesurage de l'indice des substances actives au bleu de méthylène (SABM), dans les plages de 0,05 mg/l à 0,5 mg/l et de 0,5 mg/l à 5,0 mg/l, dans différents échantillons d'eau (par exemple, eau souterraine, eau potable, eaux de ruissellement, eau résiduaire et percolats). Les agents de surface anioniques sont les substances les plus importantes présentant une activité vis-à-vis du bleu de méthylène. Cette méthode est donc utile pour évaluer la teneur des eaux en agents de surface anioniques [y compris les agents de surface anioniques contenant des groupes carboxylates (par exemple, savons)]. D'autres types de substances peuvent également présenter une activité vis-à-vis du bleu de méthylène et contribuer au résultat. Dans des cas particuliers, l'étendue de l'analyse peut être modifiée et la méthode peut être utilisée pour d'autres plages de concentration à condition qu'elles couvrent exactement une décade d'unités de concentration.

ISO 16265:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d5dfcaaf-a6b9-421f-8373-75b903734534/iso-16265-2009

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence (amendements y compris) s'applique.

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un volume*

ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

3 Interférences

Les substances suivantes peuvent perturber l'analyse:

— Composés cationiques capables de former de fortes paires d'ions avec les substances actives vis-à-vis du bleu de méthylène.

— Acides humiques à des concentrations supérieures à 20 mg/l.

© ISO 2009 – Tous droits réservés

— Produits chimiques ayant une activité de surface élevée (par exemple, agents de surface non actifs vis-à-vis du bleu de méthylène, à des concentrations supérieures à 50 mg/l).

— Produits chimiques ayant un fort potentiel réducteur pour l'oxydation du bleu de méthylène (par exemple S^{2-}, SO_3^{2-}; $S_2O_3^{2-}$; OCl^-). Ces produits chimiques doivent être éliminés (par exemple avec H_2O_2) avant l'analyse.

— Des concentrations élevées d'anions inorganiques (par exemple nitrate, chlorure, bromure) peuvent induire une erreur positive.

— Des produits chimiques qui réagissent avec l'un des réactifs utilisés pour former un composé coloré soluble dans le trichlorométhane ($CHCl_3$) (les substances actives vis-à-vis du bleu de méthylène sont exclues).

Une filtration de l'échantillon avant l'analyse est recommandée pour les échantillons contenant des particules dont la taille est supérieure à 100 µm. Sinon, les particules contenues dans l'échantillon peuvent obstruer les tubes de circulation. Si une filtration s'avère nécessaire, des pertes significatives d'agents de surface anioniques sont possibles par des effets d'adsorption.

L'absorbance due à la couleur de l'échantillon peut être corrigée par une analyse à blanc qui n'utilise pas le bleu de méthylène dans les réactifs. Les réponses de l'échantillon sont déterminées avec et sans addition du réactif. La différence entre les deux réponses est utilisée dans les Équations (3) et (4).

Les échantillons ayant une concentration d'indice SABM supérieure à 5 mg/l doivent être dilués avant l'analyse.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4 Principe

Dans un courant vecteur à flux continu, l'échantillon est mélangé à une solution alcaline de bleu de méthylène formant des paires d'ions colorées avec certains types de substances organiques (par exemple, agents de surface anioniques) présentes dans l'échantillon. Les paires d'ions sont extraites au trichlorométhane. La phase organique est traitée avec une solution acide de bleu de méthylène, puis son absorbance est mesurée par spectrométrie à une longueur d'onde de 650 nm ± 10 nm.

Le résultat est exprimé en termes de concentration de dodécylsulfate de sodium.

5 Réactifs

Sauf spécification contraire, utiliser uniquement des produits chimiques de qualité analytique reconnue.

Dégazer les réactifs si des bulles d'air apparaissent spontanément. Sauf spécification contraire, dégazer en circulant de l'hélium gazeux à 20 l/h dans le réactif pendant 15 min. Ajouter le détergent après le dégazage. Éviter d'utiliser des réactifs présentant une turbidité en les filtrant si nécessaire.

5.1 **Eau**, de qualité 1 conformément à l'ISO 3696.

5.2 **Hydroxyde de sodium**, NaOH.

5.3 **Tétraborate de sodium décahydraté**, $Na_2B_4O_7$, $10H_2O$.

5.4 **Dihydrogénophosphate de sodium monohydraté**, NaH_2PO_4, H_2O.

5.5 **Dihydrogénophosphate de potassium monohydraté**, KH_2PO_4, H_2O.

5.6 **Acide sulfurique**, H_2SO_4, $\rho(H_2SO_4) = 1{,}84$ g/ml.

© ISO 2009 – Tous droits réservés

5.7 Acide chlorhydrique, HCl, ρ(HCl) = 1,18 g/ml.

5.8 Bleu de méthylène, $C_{16}H_{18}N_3SCl$, $2H_2O$.

5.9 Méthanol, CH_3OH.

5.10 Éthanol, C_2H_5OH, w (C_2H_5OH) ≈ 96 %.

5.11 Trichlorométhane, $CHCl_3$.

Le trichlorométhane reste stable pendant 3 mois à condition d'être conservé à l'abri de la lumière.

Avant utilisation, dégazer le trichlorométhane pendant 30 min par une purge avec un courant de He ou à l'aide d'un bain à ultrasons.

5.12 Dodécylsulfate de sodium (lauryl sulfate de sodium), $CH_3(CH_2)_{11}OSO_3Na$.

5.13 Éther de pétrole.

5.14 Dodécyle éther de poly(éthylène glycol), $HO(CH_2CH_2O)_nC_{12}H_{25}$, solution aqueuse, w = 30 %.

5.15 Solution alcaline de borate.

Dans une fiole jaugée (6.2.1), dissoudre 15,83 g de tétraborate de sodium décahydraté (5.3) et 3,3 g d'hydroxyde de sodium (5.2) dans environ 800 ml d'eau (5.1) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau (5.1).

iTeh STANDARD PREVIEW

Stockée à température ambiante, cette solution reste stable pendant une semaine.

(standards.iteh.ai)

5.16 Solution mère de bleu de méthylène.

ISO 16265:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d5dfcaaf-ab67-4211-8575-75b90373a534/iso-16265-2009

Dans une fiole jaugée (6.2.1), dissoudre 0,35 g de bleu de méthylène dans 500 ml d'éthanol (5.10) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau (5.1).

Stockée à température ambiante, cette solution reste stable pendant 6 mois.

5.17 Solution alcaline de bleu de méthylène.

Ajouter 100 ml de solution mère de bleu de méthylène (5.16) à 50 ml de solution alcaline de borate (5.15) et mélanger. Laver trois fois ce mélange avec 20 ml de trichlorométhane (5.11) jusqu'à ce que la couche organique ait perdu sa coloration bleue, en éliminant la couche organique à chaque fois. Extraire la solution aqueuse ainsi obtenue avec 25 ml d'éther de pétrole (5.13) pour éliminer les résidus de trichlorométhane restant dans la solution. Filtrer à travers un papier filtre (dimension des pores de 0,45 µm) et compléter à 500 ml avec de l'eau (5.1), dans une fiole jaugée (6.2.1).

Préparer cette solution immédiatement avant utilisation.

5.18 Solution acidifiée de bleu de méthylène.

Dans une fiole jaugée (6.2.1), ajouter 6,8 ml d'acide sulfurique (5.6) à 42,5 ml de solution mère de bleu de méthylène (5.16). Dans ce mélange, dissoudre 50 g de dihydrogénophosphate de sodium monohydraté (5.4). Compléter à 1 000 ml avec de l'eau (5.1).

Stockée à température ambiante, cette solution reste stable pendant une semaine.

5.19 Solution d'extraction de trichlorométhane ($CHCl_3$ à la Figure A.1).

Ajouter 1 ml de dodécyle éther de poly(éthylène glycol) (5.14) à 1 000 ml de trichlorométhane (5.11) et mélanger.

Stockée à température ambiante, cette solution reste stable pendant une semaine.

© ISO 2009 – Tous droits réservés

5.20 Solution de rinçage pour l'échantillonneur.

Dans une fiole jaugée (6.2.1), dissoudre 1,1 g de dihydrogénophosphate de potassium monohydraté (5.5) dans environ 800 ml d'eau (5.1) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau (5.1).

Stockée à température ambiante, cette solution reste stable pendant une semaine.

5.21 Solution de méthanol.

Ajouter 800 ml de méthanol (5.9) à 100 ml d'acide chlorhydrique (5.7) et compléter à 1 000 ml avec du méthanol (5.9).

Stockée à température ambiante, cette solution reste stable pendant 6 mois.

5.22 Solutions de dodécylsulfate de sodium.

5.22.1 Solution mère de dodécylsulfate de sodium, $\rho = 1\ 000$ mg/l.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml (6.2.1), dissoudre 1 000 mg $\pm$ 1 mg de dodécylsulfate de sodium (5.12) dans de l'eau (5.1) et compléter au volume avec de l'eau (5.1).

La solution reste stable pendant 3 mois si elle est conservée à température ambiante dans un récipient en verre.

5.22.2 Solution de dodécylsulfate de sodium, $\rho = 100$ mg/l.

Dans une fiole jaugée de 100 ml (6.2.1), diluer 10 ml de solution mère de dodécylsulfate de sodium (5.22.1) dans de l'eau (5.1) et compléter au volume avec de l'eau (5.1).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La solution reste stable pendant une semaine si elle est conservée à température ambiante dans un récipient en verre.

ISO 16265:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d5dfcaaf-a6b9-421f-8373-75b90373a534/iso-16265-2009

5.23 Solutions d'étalonnage.

5.23.1 Généralités

Préparer des solutions d'étalonnage en diluant la solution de dodécylsulfate de sodium (5.22.2).

Préparer les solutions d'étalonnage dans des récipients en verre immédiatement avant utilisation.

Il est recommandé de préparer au moins cinq solutions d'étalonnage par domaine de travail.

Par exemple, lorsque six étalons sont utilisés, procéder comme suit pour les domaines de travail I et II:

5.23.2 Domaine I (0,05 mg/l à 0,5 mg/l).

Dans une série de fioles jaugées (6.2.1) de 1 000 ml, prélever à la pipette 0,5 ml, 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml et 5 ml de la solution de dodécylsulfate de sodium (5.22.2). Compléter au volume avec de l'eau (5.1). Les concentrations en masse de dodécylsulfate de sodium dans les solutions d'étalonnage obtenues sont de 0,05 mg/l, 0,1 mg/l, 0,2 mg/l, 0,3 mg/l, 0,4 mg/l et 0,5 mg/l.

De plus, une solution à 0,25 mg/l sera nécessaire pour l'essai de sensibilité quotidien (voir 8.2.2).

5.23.3 Domaine II (0,5 mg/l à 5 mg/l).

Dans une série de fioles jaugées (6.2.1) de 100 ml, prélever à la pipette 0,5 ml, 1 ml, 2 ml, 3 ml, 4 ml et 5 ml de la solution de dodécylsulfate de sodium (5.22.2). Compléter au volume avec de l'eau (5.1). Les concentrations en masse de dodécylsulfate de sodium dans les solutions d'étalonnage obtenues sont de 0,5 mg/l, 1 mg/l, 2 mg/l, 3 mg/l, 4 mg/l et 5 mg/l.

De plus, une solution à 2,5 mg/l sera nécessaire pour l'essai de sensibilité quotidien (voir 8.2.2).

© ISO 2009 – Tous droits réservés

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit:

6.1 Système d'analyse en flux continu (CFA).

Un exemple de système approprié contient les éléments ci-après (voir également la Figure A.1). D'autres systèmes peuvent être utilisés à condition que les exigences données à l'Article 8 sont satisfaites.

Tous les tubes qui entrent en contact avec du trichlorométhane doivent être fabriqués avec un matériau résistant au trichlorométhane.

6.1.1 Réservoirs de réactifs.

6.1.2 Pompe à faible pulsation, équipée des tubes de pompe adaptés, si nécessaire.

6.1.3 Tubes de circulation, raccords de tubes et raccords en T, en matériau inerte et avec des volumes morts minimaux.

6.1.4 Système de séparation de phases, pour solutions aqueuses et solutions de trichlorométhane, par exemple séparateurs gravimétriques ou séparateurs à membrane.

6.1.5 Spectromètre avec cuve à flux, plage de longueur d'onde de 650 nm ± 10 nm.

6.1.6 Unité d'enregistrement des données, par exemple enregistreur sur bande, intégrateur ou imprimante/traceur, ou systèmes d'acquisition de données. En général, des signaux de hauteur de pic sont évalués.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.1.7 Échantillonneur automatique, si nécessaire, avec des agencements appropriés pour éviter les effets mémoire lors de l'analyse d'une série d'échantillons (par exemple, rinçage intermédiaire du dispositif en flux avec un mélange de méthanol et d'eau).

ISO 16265:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d5dfcaaf-a6b9-421f-8373-75b90373a534/iso-16265-2009

6.2 Appareillage supplémentaire.

6.2.1 Fioles jaugées en verre, de classe A comme défini dans l'ISO 1042, de capacités 100 ml, 200 ml et 1 000 ml.

6.2.2 Pipettes graduées en verre, de classe A comme défini dans l'ISO 648, de capacités 0,5 ml à 10 ml.

7 Échantillonnage et prétraitement de l'échantillon

Pour une durée de conservation allant jusqu'à 3 jours, stocker les échantillons dans des récipients en verre à basse température (de 2 °C à 5 °C). Des temps de conservation plus longs nécessitent une vérification. Certains agents de surface anioniques sont métabolisés très rapidement en raison de l'activité microbienne dans l'échantillon. Cela doit être pris en compte pour le stockage des échantillons.

Si l'échantillon est stocké pendant plus de 24 h, il convient d'envisager l'addition d'un agent de conservation. L'addition d'une fraction volumique de 1 % d'une solution de formaldéhyde à 40 % est appropriée pour des périodes de conservation allant jusqu'à 4 jours. Ne pas employer d'acide inorganique pour la conservation des échantillons.

Il convient que les échantillons pour essai soient exempts de matières en suspension, qui peuvent être séparées par centrifugation. Toutefois, l'agent de surface adsorbé sur une matière en suspension ne sera pas dosé.

© ISO 2009 – Tous droits réservés